



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 Offenlegungsschrift
10 DE 198 56 784 A 1

51 Int. Cl.⁷:
G 01 N 30/62
G 01 N 30/02
// G 01 N 30/64, 30/72,
30/74

21 Aktenzeichen: 198 56 784.7
22 Anmeldetag: 1. 12. 1998
43 Offenlegungstag: 15. 6. 2000

DE 198 56 784 A 1

71 Anmelder:

Institut für Umwelttechnologien GmbH, 12489
Berlin, DE; Leonhardt, Jürgen, Prof., 10179 Berlin,
DE

72 Erfinder:

Leonhardt, Jürgen, Prof., 10179 Berlin, DE; Bensch,
Holger, Dr., 10318 Berlin, DE

55 Entgegenhaltungen:

DE 3 876 20 0T2

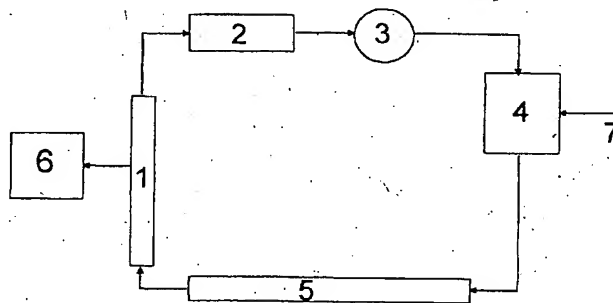
Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Gasanalysator mit internem Gaskreislauf

57 Die Erfindung betrifft einen Gasanalysator mit internem Gaskreislauf, der in der Spurengasanalyse angewendet werden kann.

Dabei sind in einem Gaskreislauf eines konzentrationsabhängigen Gaskdetektors (1), z. B. eines Photoionisationsdetektors, zusätzlich ein Kreislauffilter für Wasserdampf und höhermolekulare Gasinhaltsstoffe (2), eine Kreislaufpumpe (3), eine Dosieranordnung (4) für den Analysengaseinlaß und eine gaschromatographische Trennsäule (5) zu einem geschlossenen Kreislaufsystem angeordnet. Vorteilhaft ist insbesondere der völlige Verzicht auf eine zusätzliche Trägergasbereitstellung bei hoher Auflösung und Empfindlichkeit sowie die wegen des nicht spektrengebenden Detektors einfache Auswerteelektronik.



DE 198 56 784 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen Gasanalysator mit internem Gaskreislauf, der in der Spurengasanalyse angewendet werden kann.

Zur Spurengasanalyse wird üblicherweise die Gaschromatographie (GC) eingesetzt. Dabei wird das zu analysierende Gasgemisch mit einem extern bereitgestellten Trägergas (z. B. He, synth. Luft etc.) gemischt und in einer Trennsäule (gepackte Säule, Kapillarsäule, Kapillarsäulenbündel) entsprechend des unterschiedlichen Trennverhaltens der Gasmoleküle getrennt und die entsprechend ihren unterschiedlichen Retentionszeiten nacheinander die Chromatographiesäule passierenden Einzelkomponenten mittels eines geeigneten Detektors nachgewiesen. Nachteilig ist hierbei, daß eine aufwendige Gasversorgung und -bereitstellung erforderlich ist, die die Einsatzmöglichkeiten der Gaschromatographie für transportable Geräte stark einschränkt. Hinderlich ist die große Masse von Druckgasflaschen bzw. Ventilen.

Gleichfalls bekannt ist, Spurengasanalyse mittels Ionenmobilitätsspektrometrie (IMS) durchzuführen. Hierbei wird zusätzlich zum Analysengas üblicherweise ein Driftgas benötigt. Das Analysengas wird in einer Ionisationsanordnung ionisiert, die Ionen in einem elektrischen Feld beschleunigt, wobei sich die unterschiedlichen Molekülionen entsprechend ihren unterschiedlichen Ionenbeweglichkeiten separieren. Ein Ionenkollektor am Ende der Driftstrecke weist die zeitversetzt einlaufenden Peaks der verschiedenen Molekülionen nach. Das Driftgas strömt den driftenden Ionen entgegen und verhindert die Diffusion von Analysengas in den Driftraum. Um das Driftgas nicht von außen nachführen zu müssen, wird es in einem IMS nach DE-PS 195 02 674 zusammen mit dem Analysengas in einem Filter gereinigt, durch den es in einem internen Gaskreislauf gepumpt wird.

Die Ionenmobilitätsspektrometrie ist ein spektrumgebendes Meßverfahren. Nachteilig an dieser Technik ist insbesondere der hohe technische Aufwand, der für die Steuerung und Auswertung der substanzspezifischen IMS-Signale betrieben werden muß.

Darüber hinaus sind Photoionisationsdetektoren (PID) zur Spurengasanalyse bekannt. Hierbei ionisiert eine UV-Quelle die in einem Trägergasstrom befindlichen Moleküle der nachzuweisenden Substanzen. Der Ionisationsstrom wird gemessen und stellt ein Maß für die Konzentration der Spuren-moleküle dar. Die Steuerung der Meßzelle und die Auswertung der Signalgrößen ist bei dieser Technik aufgrund der nur summarischen Signalgabe relativ einfach, wobei jedoch keine Möglichkeit der qualitativen Bestimmung der Gasinhaltsstoffe besteht.

Nachteilig ist hierbei außerdem, daß um Matrixeffekte zu unterdrücken, wegen der fehlenden Selektivität dieser Meßmethode, die Gasprobe regelmäßig in ein definiertes Trägergas eingegeben werden muß. Dieses erfordert, wie bei den bereits erwähnten Verfahren eine aufwendige Trägergasbereitstellung.

Es stand daher die Aufgabe, eine Meßanordnung anzugeben, die ohne zusätzliche Gasversorgung nur unter Inanspruchnahme eines entsprechenden Volumens der mit den nachzuweisenden Substanzen beladenen Luft eine schnelle und empfindliche quantitative und qualitative Spurengasanalyse ermöglicht.

Dazu wurde ein spezieller Kreislauffilter so in dem internen Kreislauf eines konzentrationsabhängigen Detektors angeordnet, daß das im geschlossenen Kreislauf befindliche Trägergas definiert regeneriert wird und auf eine zusätzliche Trägergasversorgung verzichtet werden kann.

Dazu ist der Detektor mit einem Kreislauffilter und einer

sich anschließenden Kreislaufpumpe verbunden.

Der Detektor kann dabei ein konzentrationsabhängiger Detektor, z. B. ein Photoionisationsdetektor (PID) oder ein Elektroneneinfangdetektor (ECD) sein. Als konzentrationsabhängige Detektoren sind aber auch Wärmeleitdetektoren (WLD), Ionisationsquerschnittsdetektoren (CSD), Edelgasdetektoren (NGD) oder Infrarotabsorptionsdetektoren einsetzbar, die sich alle dadurch auszeichnen, daß die Signalauswertung relativ wenig technischen Aufwand erfordert.

Das durch den Filter von Wasser und höhermolekularen Inhaltsstoffen gereinigte interne Trägergas gelangt in eine Dosieranordnung.

Die Dosieranordnung kann dabei nach verschiedenen Prinzipien realisiert werden:

So kann die definierte Zugabe des Probengases mittels einer Dosierpumpe oder einer Gasschleife, aber auch mittels einer Kombination von gesteuerten Ventilen oder durch eine Permeationsmembran erfolgen.

Nachdem das zu analysierende Probengas dem Trägergas zugeführt wurde, wird das Gasgemisch auf eine Trennsäule geleitet, wo es entsprechend den unterschiedlichen Retentionszeiten der Gasinhaltsstoffe getrennt wird. Die einzelnen Fraktionen werden nun nacheinander zum Eingang des Detektors geleitet.

Hier erfolgt die Ionisation und die Detektion der ionisierten Spurengasmoleküle. Eine Identifizierung und damit qualitative Analyse ergibt sich aus den unterschiedlichen Eingangszeiten der einzelnen Fraktionen im Detektor, wobei die Matrix aus dem Trägergas wegen der nach jedem Kreislauf erfolgenden Regeneration stets identisch ist, was zu definierten Ionisationsverhältnissen und damit zu aussagefähigen Meßergebnissen führt.

Der so geschlossene interne Kreislauf weist den wesentlichen Vorteil auf, daß das System im Betrieb außer der Zufuhr der Probe keine Trägergasbereitstellung von außen benötigt.

Von Bedeutung ist, daß das ständig im Kreislauf zirkulierende interne Trägergas Luft sein kann. Für konkrete Analysefälle können andere interne Trägergase Anwendung finden: z. B. He, Ar, N₂ etc., die dann entsprechend im Kreislauf Detektor - Kreislauffilter - Dosieranordnung - Trennsäule zirkulieren würden.

Nachfolgend soll die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

Die Fig. 1 zeigt die erfindungsgemäße Vorrichtung.

Gemäß Fig. 1 ist an einen Photoionisationsdetektor 1 eine Auswertelektronik 6 angeschlossen. Der gasflußmäßige Ausgang des Detektors 1 ist mit einem Kreislauffilter 2 verbunden. Hier werden aus dem Gasfluß sämtliche Spuren von höhermolekularen Inhaltsstoffen und auch Wasser entfernt. Das gereinigte Gas, das hier als Trägergas fungiert, gelangt in eine Kreislaufpumpe 3, die den internen Gaskreislauf bewirkt.

An die Kreislaufpumpe 3 schließt sich eine Dosiervorrichtung 4 an, in der dem Trägergas das zu analysierende Probengasgemisch 7 zugeführt wird.

Trägergas und Probengas gelangen anschließend auf eine gaschromatographische Trennsäule 5, wo die Komponenten der Probe getrennt werden und nacheinander auf den Eingang des Detektors 1 geleitet werden, wo sie entsprechend ihrer Eintreffzeiten identifiziert und mittels der Auswertelektronik 6 quantifiziert werden.

Der somit geschlossenen Gaskreislauf erfordert außer der Zuführung des Probengases keine weitere Gasversorgung.

Patentansprüche

1. Gasanalysator mit internem Gaskreislauf, dadurch

gekennzeichnet, daß ein Gasfluß eines internen Trä-
gergases, das aus Luft oder einem inerten Gas/Gasge-
misch besteht, in Form eines Gaskreislaufes stattfindet,
wobei der Ausgang eines konzentrationsabhängigen
Detektors (1) mit einem Kreislauffilter (2) und dieser 5
mit einer oder mehreren Kreislauffpumpen (3) verbun-
den ist, daran eine Gasdosiereinrichtung (4) zur Zufüh-
rung des Probengases (7) angeschlossen ist, die mit ei-
ner gaschromatographischen Trennsäule (5) verbunden
ist, die den Kreislauf zum Eingang des Detektors (1) 10
mit seiner Auswertelektronik (6) schließt.

2. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekenn-
zeichnet, daß der Detektor (1) ein Photoionisationsde-
tektor ist.

3. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekenn- 15
zeichnet, daß der Detektor (1) ein Elektroneneinfang-
detektor ist.

4. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekenn-
zeichnet, daß der Detektor (1) ein Wärmeleitdetektor 20
ist.

5. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekenn-
zeichnet, daß der Detektor (1) ein Ionisationsquer-
schnittsdetektor ist.

6. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekenn-
zeichnet, daß der Detektor (1) ein Edelgasdetektor ist. 25

7. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekenn-
zeichnet, daß der Detektor (1) ein Infrarotabsorptions-
detektor ist.

8. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekenn-
zeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosiereinrich- 30
tung (4) mittels einer Dosierpumpe erfolgt.

9. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekenn-
zeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosiereinrich-
tung (4) mittels einer Gasschleife erfolgt.

10. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekenn- 35
zeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosierein-
richtung (4) mittels einer Kombination von gesteuerten
Ventilen erfolgt.

11. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekenn- 40
zeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosierein-
richtung (4) mittels einer Permeationsmembran erfolgt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

45

50

55

60

65

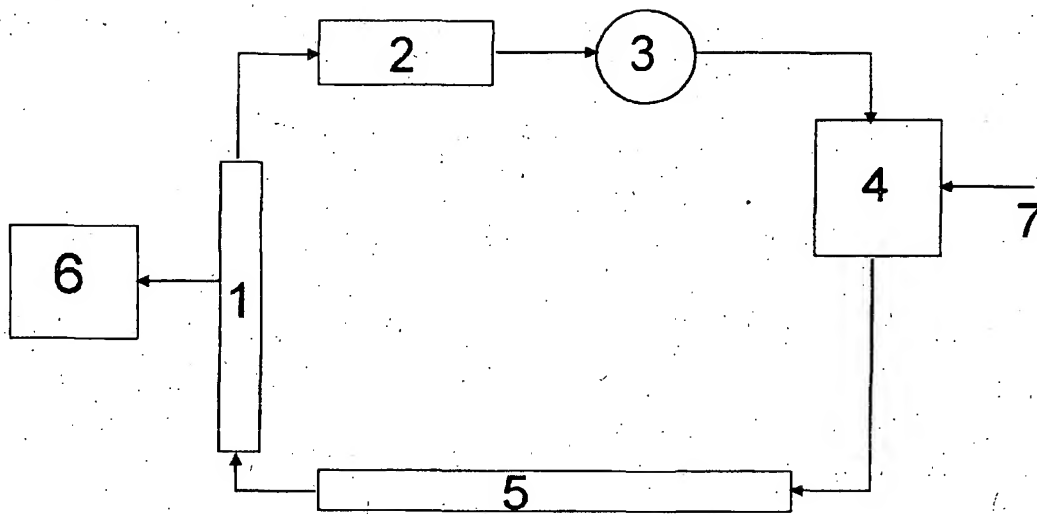


Fig. 1